



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

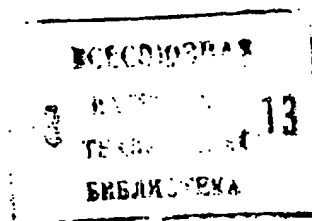
(19) **SU** (11) **813921**

**A**

(5D) 4 C 07 D 471/04; A 01 N 43/50

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 2832620/23-04

(22) 26.10.79

(46) 23.12.86. Бюл. № 47

(71) Институт физико-органической  
химии и углехимии АН Украинской ССР  
и Всесоюзный научно-исследовательс-  
кий институт химических средств за-  
щиты растений

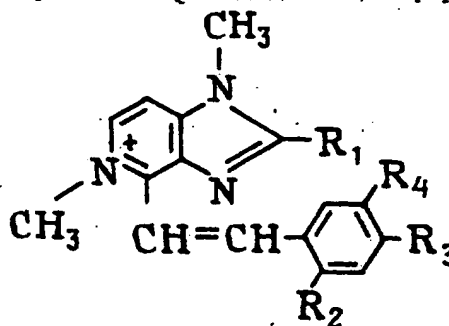
(72) Ю.М.Ютилов, А.Г.Игнатенко,  
Л.Е.Михайлова, Е.И.Андреева  
и Г.В.Бобкова

(53) 547.859(088.8)

(56) Патент США № 3759933,  
кл. C 07 d 31/40, опублик. 1973.

(54) СТИРИЛЬНЫЕ ПРОИЗВОДНЫЕ ИМИДАЗО  
[4,5-с]ПИРИДИНИЙ-ИОДИДА, ОБЛАДАЮЩИЕ  
ФУНГИЦИДНОЙ АКТИВНОСТЬЮ

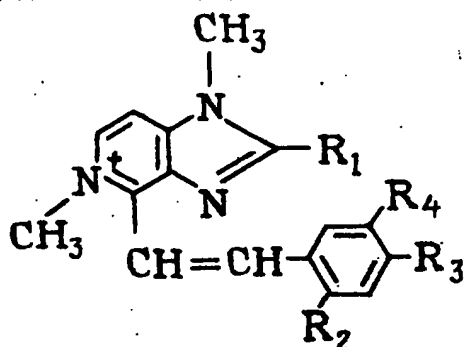
(57) Стирильные производные имидазо  
[4,5-с]пиридиний-иодида общей фор-  
мулы



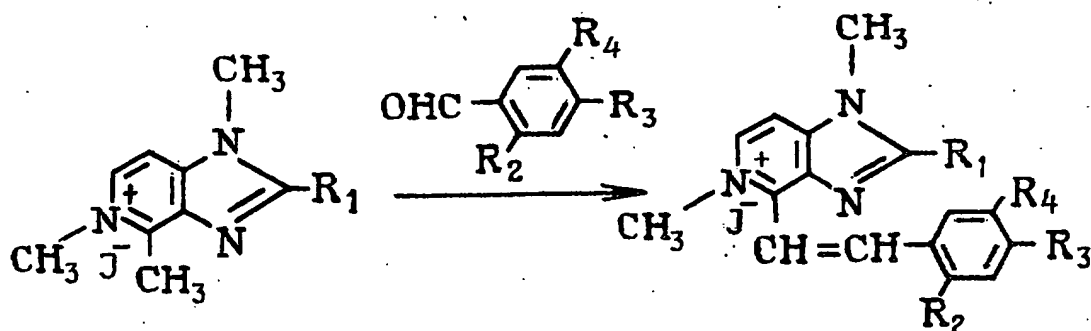
где а)  $R_1$ -CH<sub>3</sub>,  $R_2$  и  $R_3$ -OCH<sub>3</sub>,  $R_4$ -H,  
б)  $R_1$ -CH<sub>3</sub>,  $R_2$  и  $R_3$ -H,  $R_4$ -N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>,  
в)  $R_1$ -CH<sub>3</sub>,  $R_2$  и  $R_4$ -H,  $R_3$ -OCH<sub>3</sub>,  
г)  $R_1$ -Ph,  $R_2$  и  $R_4$ -OCH<sub>3</sub>,  $R_3$ -H;  
д)  $R_1$ -Ph,  $R_2$  и  $R_4$ -H,  $R_3$ -N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>,  
обладающие фунгицидной активностью.

09 **SU** (11) **813921** **A**

Изобретение относится к новым химическим соединениям, к стирильным производным имидазо [4,5-с]пиридиний иодида общей формулы



где а)  $R_1$ -CH<sub>3</sub>,  $R_2$  и  $R_3$ -OCH<sub>3</sub>,  $R_4$ -H;  
б)  $R_1$ -CH<sub>3</sub>,  $R_2$  и  $R_3$ -H,  $R_4$ -N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>;  
в)  $R_1$ -CH<sub>3</sub>,  $R_2$  и  $R_4$ -H,  $R_3$ -OCH<sub>3</sub>;  
г)  $R_1$ -Ph,  $R_2$  и  $R_4$ -OCH<sub>3</sub>,  $R_3$ -H;



где  $R_1$ - $R_4$  имеют указанные значения.

Полученные новые соединения представляют собой твердые окрашенные вещества, растворимые в воде, спирте и ацетоне. Структура подтверждена данными элементного анализа.

**Пример 1.** 1,2,5-Триметил-4-( $p$ -N,N'-диметиламиностирил)-имидазо [4,5-с]пиридиний-иодид (ИЮ-6).

1,05 г (3,5 · 10<sup>-3</sup> моль) 1,2,4,5-тетраметиylimидазо[4,5-с]пиридиний-иодида и 0,7 г (4,5 ммоль)  $p$ -(диметиламино)бензальдегида растворяют при нагревании в 30 мл  $n$ -бутанола, добавляют 2 мл (2 ммоль) пиперидина и кипятят на масляной бане при температуре 135-145 °С 2 ч. После охлаждения выпавший осадок кирпично-красного цвета отфильтровывают и промывают эфиром, выход 1,45 г (96,7%), т.пл. 228-230 °С ( $n$ -бутанол).

Найдено, %: С 52,7; Н 5,4; N 12,7.

$C_{19}H_{23}N_4$ .

Вычислено, %: С 52,5; Н 5,3;

N 12,9.

**Пример 2.** 1,2,5-Триметил-4-(2,5-диметоксистирил)имидазо[4,5-с]пиридиний-иодид (ИЮ-5).

д)  $R_1$ -Ph,  $R_2$  и  $R_4$ -H,  $R_3$ -N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, обладающим фунгицидной активностью.

Указанное свойство позволяет предполагать возможность применения их в сельском хозяйстве.

Известны производные имидазо[4,5-с]пиридин-2-она, обладающие противовоспалительной активностью.

Цель изобретения - расширение ассортимента фунгицидов.

Эта цель достигается новыми стирильными производными имидазо[4,5-с]пиридиний-иодидами приведенной общей формулы, которые получают путем взаимодействия 4-метилпроизводных имидазо[4,5-с]пиридиний-иодидов с ароматическими альдегидами в присутствии пиперидина в качестве катализатора, по схеме

Получают аналогично примеру 1, исходя из 1,05 г (3,5 ммоль) 1,2,4,5-тетраметиylimидазо[4,5-с]пиридиний-иодида и 0,7 (4,2 ммоль) 2,5-диметоксибензальдегида, выход 1,5 г (96%), т.пл. 184-185 °С ( $n$ -бутанол).

Найдено, %: С 50,5; Н 5,5; N 9,2.

$C_{19}H_{22}N_3O_2$ .

Вычислено, %: С 50,5; Н 5,6; N 9,3.

**Пример 3.** 1,2,5-Триметил-4-( $p$ -метоксистирил)имидазо[4,5-с]пиридиний-иодид (ИЮ-452).

Получают аналогично примеру 1, исходя из 1,05 г (3,5 ммоль) 1,2,4,5-тетраметиylimидазо[4,5-с]пиридиний-иодида и 0,51 мл (4,2 ммоль)  $p$ -метоксибензальдегида, выход 0,96 г (63,3%), т.пл. 235-236 °С ( $H_2O$ ).

Найдено, %: N 10,5.

$C_{18}H_{20}N_3O_2$ .

Вычислено, %: N 10,0.

**Пример 4.** 1,5-Диметил-2-фенил-4-(2,5-диметоксистирил)имидазо[4,5-с]пиридиний-иодид (ИЮ-428).

Получают аналогично примеру 1, исходя из 0,8 г (2,2 ммоль) 1,4,5-триметил-2-фенилимидазо[4,5-с]пиридиний-иодида и 0,546 г (3,3 ммоль)

2,5-диметоксибензальдегида, выход 0,85 г (71,2%), т.пл. 233-234°C (н-бутанол).

Найдено, %: N 8,3.

$C_{24}H_{14}N_3O_2$  J.

Вычислено, %: N 8,2.

Пример 5. 1,5-Диметил-2-фенил-4-(п-Н', Н'-диметиламиностирил)-имидазо[4,5-с]пиридиний-иодид (ИЮ-431).

Получают аналогично примеру 1, исходя из 0,8 г (2,2 ммоль) 1,4,5-триметил-2-фенилимидазо[4,5-с]пиридиний-иодида и 0,448 г (3 ммоль) п-Н,Н-диметиламинобензальдегида, выход 0,85 г (78,2%), т.пл. 265-266°C (н-бутанол).

Найдено, %: C 57,7; H 5,2.

$C_{24}H_{25}N_4$  J.

Вычислено, %: C 58,0; H 5,1.

Фунгицидную активность определяют на мицелии грибов: *Botrytis cinerea*, *Fusarium moniliforme*, *Venturia inaequalis*, *Aspergillus niger*, *Verticillium dahlia* и бактерии *Xanthomonas malvacearum*.

Новые вещества растворяют в ацетоне и в стерильных условиях вводят в расплавленный картофельно-декстрозный агар, который разливают по чашкам Петри. За эталон принимают тетраметилтиурамдисульфид (ТМТД). Концентрация действующего вещества 0,003%. Через 18-20 ч после разлива и застывания агаровую пластинку инокулируют кусочками мицелия, указан-

ных тест-объектов и выдерживают в течение 4-5 суток при температуре 22-25°C. По истечении указанного срока определяют размер колоний изученных грибов, а затем по формуле Эббота определяют процент подавления (Р) мицелия грибов по сравнению с эталоном:

$$P = \frac{a - c}{a} \cdot 100,$$

где а - рост мицелия грибов в контроле;

с - рост мицелия грибов по препарату.

Результаты испытаний представлены в таблице.

Соединения шифров ИЮ-452, ИЮ-428, ИЮ-5, ИЮ-6 по фунгицидной активности превосходят или равноценны эталону ТМТД на мицелии гриба *Verticillium dahlia*. Соединения ИЮ-6 и ИЮ-452 обладают также выраженной бактерицидной активностью. Соединение ИЮ-5 обладает активностью против возбудителя серой гнили гриба. Помимо высокой фунгицидной активности заявляемые вещества обладают высокой селективностью воздействия на грибковые заболевания, а это, в свою очередь, предохраняет загрязнение окружающей среды от излишнего применения химических веществ как средства борьбы с паразитирующими организмами.

Результаты испытаний на фунгицидную активность (испытания соединений проведены в концентрации по д.в. 0,003%

Шифры соединений	<i>Xanthomonas malvacearum</i>	<i>Botrytis cinerea</i>	<i>Fusarium moniliforme</i>	<i>Venturia inaequalis</i>	<i>Aspergillus niger</i>	<i>Verticillium dahlia</i>
ИЮ-452	75	36	22	25	8	92
ИЮ-431	12	68	11	6	17	-
ИЮ-428	12	18	33	25	17	83
ИЮ-5	50	100	4	14	13	100
ИЮ-6	100	63	0	31	13	100
ТМТД	87	100	100	100	87	83